

(19) 世界知的所有権機関
国際事務局



(43) 国際公開日
2005 年 8 月 11 日 (11.08.2005)

PCT

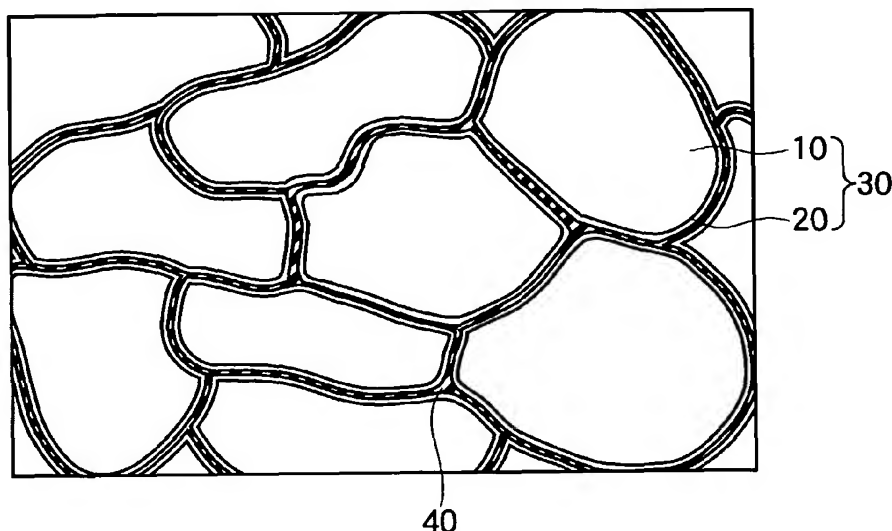
(10) 国際公開番号
WO 2005/072894 A1

- (51) 国際特許分類: B22F 1/00,
1/02, C22C 38/00, H01F 1/33
- (21) 国際出願番号: PCT/JP2005/001433
- (22) 国際出願日: 2005 年 1 月 26 日 (26.01.2005)
- (25) 国際出願の言語: 日本語
- (26) 国際公開の言語: 日本語
- (30) 優先権データ:
特願2004-024257 2004 年 1 月 30 日 (30.01.2004) JP
- (71) 出願人 (米国を除く全ての指定国について): 住友電気工業株式会社 (SUMITOMO ELECTRIC INDUSTRIES, LTD.) [JP/JP]; 〒5410041 大阪府大阪市中央区北浜四丁目 5 番 3 3 号 Osaka (JP).

- (72) 発明者; および
(75) 発明者/出願人 (米国についてのみ): 久貝 裕一 (KUGAI, Hirokazu) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 五十嵐 直人 (IGARASHI, Naoto) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 前田 徹 (MAEDA, Toru) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 広瀬 和弘 (HIROSE, Kazuhiro) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 豊田 晴久 (TOYODA, Haruhisa) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 三村 浩二 (MIMURA, Koji) [JP/JP]; 〒6640016 兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP). 西岡 隆夫 (NISHIOKA, Takao) [JP/JP]; 〒6640016
[続葉有]

(54) Title: SOFT MAGNETIC MATERIAL AND DUST CORE

(54) 発明の名称: 軟磁性材料および圧粉磁心



(57) Abstract: Disclosed is a soft magnetic material exhibiting excellent magnetic characteristics regardless of the frequency applied thereto. Also disclosed is a dust core produced from such a soft magnetic material. The soft magnetic material comprises metal magnetic particles (10) containing iron and oxygen. The amount of oxygen contained in each metal magnetic particle (10) is more than 0 and less than 0.05 mass%. A dust core produced by using such a soft magnetic material has a coercive force of not more than 2.0×10^2 A/m.

[続葉有]

WO 2005/072894 A1



兵庫県伊丹市昆陽北一丁目 1 番 1 号 住友電気工業株式会社 伊丹製作所内 Hyogo (JP).

(74) 代理人: 内藤 照雄, 外 (NAITO, Teruo et al.); 〒1076012 東京都港区赤坂一丁目 1 2 番 3 2 号 アーク森ビル 1 2 階 信栄特許事務所 Tokyo (JP).

(81) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の国内保護が可能): AE, AG, AL, AM, AT, AU, AZ, BA, BB, BG, BR, BW, BY, BZ, CA, CH, CN, CO, CR, CU, CZ, DE, DK, DM, DZ, EC, EE, EG, ES, FI, GB, GD, GE, GH, GM, HR, HU, ID, IL, IN, IS, KE, KG, KP, KR, KZ, LC, LK, LR, LS, LT, LU, LV, MA, MD, MG, MK, MN, MW, MX, MZ, NA, NI, NO, NZ, OM, PG, PH, PL, PT, RO, RU, SC, SD, SE, SG, SK, SL, SY, TJ, TM, TN, TR, TT, TZ, UA, UG, US, UZ, VC, VN, YU, ZA, ZM, ZW.

(84) 指定国 (表示のない限り、全ての種類の広域保護が可能): ARIPO (BW, GH, GM, KE, LS, MW, MZ, NA, SD, SL, SZ, TZ, UG, ZM, ZW), ユーラシア (AM, AZ, BY, KG, KZ, MD, RU, TJ, TM), ヨーロッパ (AT, BE, BG, CH, CY, CZ, DE, DK, EE, ES, FI, FR, GB, GR, HU, IE, IS, IT, LT, LU, MC, NL, PL, PT, RO, SE, SI, SK, TR), OAPI (BF, BJ, CF, CG, CI, CM, GA, GN, GQ, GW, ML, MR, NE, SN, TD, TG).

添付公開書類:

— 国際調査報告書

2 文字コード及び他の略語については、定期発行される各 PCT ガゼットの巻頭に掲載されている「コードと略語のガイダンスノート」を参照。

(57) 要約: 本発明の課題は、適用される周波数にかかわらず、優れた磁気的特性を示す軟磁性材料およびその軟磁性材料から作製される圧粉磁心を提供する。本発明の解決手段は、軟磁性材料は、鉄と、酸素とを含む金属磁性粒子 10 を備える。金属磁性粒子 10 に占める酸素の割合は、0 を超え 0.05 質量%未満である。このような軟磁性材料を用いて作製された圧粉磁心は、 $2.0 \times 10^2 \text{ A/m}$ 以下の保磁力を有する。

明 細 書

軟磁性材料および圧粉磁心

<技術分野>

この発明は、一般的には、軟磁性材料および圧粉磁心に関し、より特定のには、チョークコイルやモータ用鉄心、電磁ソレノイドなどに用いられる軟磁性材料およびその軟磁性材料から作製された圧粉磁心に関する。

<背景技術>

従来、モーターコアやトランスコアなどの電気電子部品において高密度化および小型化が図られており、より精密な制御を小電力で行えることが求められている。このため、これらの電気電子部品の作製に使用される軟磁性材料であって、優れた磁気的特性を有する軟磁性材料の開発が進められている。

このような軟磁性材料を用いて作製された圧粉磁心に関して、たとえば、日本公開特許 8-269501 号公報には、100 kHz 以下の周波数においても高い交流初透磁率を実現することを目的とした高周波圧粉磁心、高周波圧粉磁心用鉄粉およびこれらの製造方法が開示されている。この公報には、0.05 質量%の酸素を含む偏平加工された鉄粉が開示されている。また別に、日本公開特許 2001-196217 号公報には、強度特性が優れ、鉄損や銅損を低減させることを目的とした圧粉磁心の製造方法が開示されている。

これら軟磁性材料を用いて作製された圧粉磁心は、電磁鋼板材を用いて作製された磁心と比較して保磁力が大きいため、ヒステリシス損が増大する。鉄損に占めるヒステリシス損の割合は、低周波領域において特に顕著となるため、100 kHz を超える高周波領域では、軟磁性材料が一部で利用されているものの、100 kHz 以下の低周波領域においては、いまだ電磁鋼板材が多く利用されているのが実情である。

そこでこの発明の目的は、上記の課題を解決することであり、適用される周波数にかかわらず、優れた磁気的特性を示す軟磁性材料およびその軟磁性材料から作製される圧粉磁心を提供することである。

<発明の開示>

圧粉磁心の作製に使用される金属磁性粒子の結晶内部に、欠陥または転位などの歪みや不純物相が存在する場合、これらは磁壁移動（磁束変化）の妨げとなるため、圧粉磁心の磁気的特性を低下させる原因となる。この中で欠陥や転位などの歪みは、熱処理を実施することによって低減させることができるが、不純物相は、熱拡散により取り除くことが一般的に困難である。このため、圧粉磁心の磁気的特性は、使用される金属磁性粒子の不純物濃度によって、その上限が決定される。

金属磁性粒子が、鉄（Fe）を含む鉄系金属である場合、磁気的特性に特に大きく影響を及ぼす不純物としては、鉄に殆ど固溶することのない物質のほか、鉄との間で非磁性化合物を形成する炭素（C）、窒素（N）、酸素（O）、硫黄（S）およびリン（P）などの物質が考えられる。圧粉磁心の磁気的特性を向上させるためには、これらの物質の濃度を低減させることが必要である。

そこで、発明者等が鋭意検討した結果、これらの物質のうち特に酸素が鉄との結合が強く、圧粉磁心の磁気的特性を飛躍的に向上させるためには、金属磁性粒子に占める酸素の割合を適正な範囲に設定することが必要であるとの知見を得た。そして、このような知見から本発明を完成させるに至った。

この発明に従った軟磁性材料は、鉄と、酸素とを含む金属磁性粒子を備える。金属磁性粒子に占める酸素の割合は、0を超え0.05質量%未満である。

このように構成された軟磁性材料では、金属磁性粒子には、鉄と酸素とが反応して生成されるFeO、Fe₂O₃またはFe₃O₄などの鉄酸化物が含まれる。FeOおよびFe₂O₃は、非磁性化合物であり、またFe₃O₄は、磁性化合物であるが、Feと比較して磁束密度が低いため、これら鉄酸化物は、軟磁性材料の磁束密度の低下を招く。

しかし、本発明では、金属磁性粒子に占める酸素の割合が、0.05質量%未満に抑えられているため、これら鉄酸化物の割合が低減されている。このため、飽和磁束密度が増加するとともに、金属磁性粒子内で磁壁の移動が容易となり、結果、軟磁性材料の保磁力を低減させることができる。加えて、金属磁性粒子に占める酸素の割合は、還元焼鈍の実施によって低減させることができるため、本発明における軟磁性材料を容易に得ることができる。

また好ましくは、金属磁性粒子の保磁力は、 $2.4 \times 10^2 \text{ A/m}$ 以下である。このように構成された軟磁性材料によれば、軟磁性材料のヒステリシス損を十分に低減させることができる。これにより、本発明による軟磁性材料を低周波領域で使用した場合にも、鉄損の増大を効果的に防止することができる。

また好ましくは、金属磁性粒子の平均粒径は、 $100 \mu\text{m}$ 以上 $300 \mu\text{m}$ 以下である。このように構成された軟磁性材料によれば、金属磁性粒子の平均粒径を $100 \mu\text{m}$ 以上にすることによって、金属磁性粒子の全体に占める、表面エネルギーによる応力歪みの割合を小さくすることができる。これにより、軟磁性材料のヒステリシス損を低減させることができる。また、金属磁性粒子の平均粒径を $300 \mu\text{m}$ 以下にすることによって、金属磁性粒子の粒子内渦電流損を低減させることができる。これにより、軟磁性材料の鉄損を低減させることができる。また、本発明による軟磁性材料を用いて加圧成形工程を実施する際、金属磁性粒子同士が噛み合いづらくなることを防止できる。

また好ましくは、金属磁性粒子の粒径の分布は、 $38 \mu\text{m}$ を超える範囲にのみ実質的に存在している。このように構成された軟磁性材料では、金属磁性粒子の全体に占める、表面エネルギーによる応力歪みの割合が大きい粒子を強制的に排除している。これにより、軟磁性材料のヒステリシス損をより効果的に低減させることができる。

また好ましくは、軟磁性材料は、金属磁性粒子と、金属磁性粒子の表面を取り囲む絶縁被膜とを含む複数の複合磁性粒子を備える。このように構成された軟磁性材料によれば、絶縁被膜を設けることによって、金属磁性粒子間に渦電流が流れるのを抑制することができる。これにより、粒子間渦電流に起因する軟磁性材料の鉄損を低減させることができる。

この発明に従った圧粉磁心は、上述のいずれかに記載の軟磁性材料を用いて作製された圧粉磁心である。このように構成された圧粉磁心によれば、保磁力が低減された軟磁性材料を用いて作製されているため、特に低周波領域において、圧粉磁心の鉄損を低減させることができる。

また好ましくは、圧粉磁心の保磁力は、 $2.0 \times 10^2 \text{ A/m}$ 以下である。このように構成された圧粉磁心によれば、低周波領域においても圧粉磁心の鉄損を十分に低減させることができ、適用される周波数にかかわらず軟磁性材料を用いて作製された圧粉磁心を利用することができる。

<図面の簡単な説明>

図1は、この発明の実施の形態における軟磁性材料を用いて作製された圧粉磁心を示す模式図である。

図2は、この発明の実施例1において、アトマイズ鉄粉に占める酸素の割合と保磁力との関係を示すグラフである。

図3は、この発明の実施例1において、アトマイズ鉄粉に占める酸素の割合と鉄損およびヒステリシス損係数との関係を示すグラフである。

図4は、この発明の実施例2において、アトマイズ鉄粉の平均粒径と保磁力との関係を示すグラフである。

なお、図中の符号において、10は金属磁性粒子、20は絶縁被膜、30は複合磁性粒子、40は有機物である。

<発明を実施するための最良の形態>

この発明の実施の形態について、図面を参照して説明する。

図1は、この発明の実施の形態における軟磁性材料を用いて作製された圧粉磁心を示す模式図である。図1を参照して、軟磁性材料は、金属磁性粒子10と、金属磁性粒子10の表面を取り囲む絶縁被膜20とから構成された複数の複合磁性粒子30を備える。複数の複合磁性粒子30の間には、有機物40が介在している。複数の複合磁性粒子30の各々は、有機物40によって接合されていたり、複合磁性粒子30が有する凹凸の噛み合わせによって接合されている。

金属磁性粒子10は、鉄(Fe)を含み、たとえば、鉄(Fe)、鉄(Fe)－シリコン(Si)系合金、鉄(Fe)－窒素(N)系合金、鉄(Fe)－ニッケル(Ni)系合金、鉄(Fe)－炭素(C)系合金、鉄(Fe)－ホウ素(B)系合金、鉄(Fe)－コバルト(Co)系合金、鉄(Fe)－リン(P)系合金、鉄(Fe)－ニッケル(Ni)－コバルト(Co)系合金および鉄(Fe)－アルミニウム(Al)－シリコン(Si)系合金などから形成されている。金属磁性粒子10は、鉄単体であっても鉄系の合金であってもよい。

金属磁性粒子10は、さらに酸素(O)を含む。酸素は、金属磁性粒子10の製造工程上において、不可避免的に金属磁性粒子10に混入する。金属磁性粒子10の全体に占める酸素の割合は、0を超え0.05質量%未満である。さらに好ましくは、金属磁性粒子10の全体に占める酸素の割合は、0を超え0.02質

量%以下である。このように酸素の割合が低く抑えられた金属磁性粒子10は、金属磁性粒子10に還元焼鈍を実施することによって、容易に得ることができる。

金属磁性粒子10に含まれる酸素の割合を測定する場合、まず、複数の金属磁性粒子10の集合体である軟磁性粉末を5gから10gだけ準備する。そして、その軟磁性粉末に対して、誘導結合プラズマ質量分析法（ICP-MS：inductively coupled plasma-mass spectrometry）による組成分析を実施し、酸素の割合を測定する。このようにして測定された酸素の割合を、金属磁性粒子10に含まれる酸素の割合とする。

金属磁性粒子10の保磁力は、 $2.4 \times 10^2 \text{ A/m}$ （＝3.0エルステッド）以下であることが好ましい。金属磁性粒子10の保磁力を測定する場合、まず、複数の金属磁性粒子10の集合体である軟磁性粉末を数gだけ準備し、樹脂バインダーを用いてその軟磁性粉末をペレット状に固め、金属磁性粒子10からなる固体片を作製する。その固体片に対して、1（T：テスラ） $\rightarrow -1 \text{ T} \rightarrow 1 \text{ T} \rightarrow -1 \text{ T}$ の磁場を順に印加するとともに、試料振動型磁力計（VSM）を用いてそのときのM（磁化）H（磁界）ループの形状を特定する。そして、このMHループの形状から固体片の保磁力を算出する。このようにして求められた保磁力を、金属磁性粒子10の保磁力とする。

金属磁性粒子10の平均粒径は、 $100 \mu\text{m}$ 以上 $300 \mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。金属磁性粒子10の平均粒径を $100 \mu\text{m}$ 以上にすることによって、金属磁性粒子10の全体に占める、金属磁性粒子10の表面エネルギーによる応力歪みの割合を小さくすることができる。この金属磁性粒子10の表面エネルギーによる応力歪みとは、金属磁性粒子10の表面に存在する歪みや欠陥に起因して発生する応力歪みのことであり、その存在は、磁壁の移動を妨げる原因となる。このため、金属磁性粒子10の全体に占めるこの応力歪みの割合を小さくすることによって、軟磁性材料のヒステリシス損を低減させることができる。

一方、金属磁性粒子10に高周波を印加した場合、表皮効果によって、粒子の表面にのみ磁場が形成され、粒子内部に磁場が形成されない領域が生じる。この粒子内部に生じた磁場が形成されない領域は、金属磁性粒子10の鉄損を増大させる。そこで、金属磁性粒子の平均粒径を $300 \mu\text{m}$ 以下にすることによって、粒子内部で磁場が形成されない領域が生じることを抑制し、これにより鉄損を低減させることができる。

なお、ここで言う平均粒径とは、レーザー散乱回折法によって測定した粒径のヒストグラム中、粒径の小さいほうからの質量の和が総質量の50%に達する粒子の粒径、つまり50%粒径Dをいう。

金属磁性粒子10の粒径は、 $38\mu\text{m}$ を超える範囲にのみ実質的に分布していることが好ましい。つまり、粒径が $38\mu\text{m}$ 以下の粒子を強制的に排除した金属磁性粒子10を用いることが好ましい。また、金属磁性粒子10の粒径は、 $75\mu\text{m}$ を超える範囲にのみ実質的に分布していることがさらに好ましい。この場合、金属磁性粒子10に対して実施する還元焼鈍によって金属磁性粒子10の表面に存在する歪みや欠陥を完全に解消できない場合であっても、上述の金属磁性粒子10の表面エネルギーに起因して発生するヒステリシス損を十分に低減させることができる。

絶縁被膜20は、金属磁性粒子10をリン酸処理することによって形成されている。また好ましくは、絶縁被膜20は、酸化物を含有する。この酸化物を含有する絶縁被膜20としては、リンと鉄とを含むリン酸鉄の他、リン酸マンガ、リン酸亜鉛、リン酸カルシウム、リン酸アルミニウム、酸化シリコン、酸化チタン、酸化アルミニウムまたは酸化ジルコニウムなどの酸化物絶縁体を使用することができる。

絶縁被膜20は、金属磁性粒子10間の絶縁層として機能する。金属磁性粒子10を絶縁被膜20で覆うことによって、圧粉磁心の電気抵抗率 ρ を大きくすることができる。これにより、金属磁性粒子10間に渦電流が流れるのを抑制して、渦電流に起因する鉄損を低減させることができる。

絶縁被膜20の厚みは、 $0.005\mu\text{m}$ 以上 $20\mu\text{m}$ 以下であることが好ましい。絶縁被膜20の厚みを $0.005\mu\text{m}$ 以上とすることによって、粒子間渦電流によるエネルギー損失を効果的に抑制することができる。また、絶縁被膜20の厚みを $20\mu\text{m}$ 以下とすることによって、全体に占める絶縁被膜20の割合が大きくなりすぎることを防止できる。これにより、圧粉磁心の磁束密度が著しく低下することを防止できる。

有機物40としては、熱可塑性ポリイミド、熱可塑性ポリアミド、熱可塑性ポリアミドイミド、ポリフェニレンサルファイド、ポリアミドイミド、ポリエーテルスルホン、ポリエーテルイミドまたはポリエーテルエーテルケトンなどの熱可塑性樹脂や、高分子量ポリエチレン、全芳香族ポリエステルまたは全芳香族ポリ

イミドなどの非熱可塑性樹脂や、ステアリン酸亜鉛、ステアリン酸リチウム、ステアリン酸カルシウム、パルミチン酸リチウム、パルミチン酸カルシウム、オレイン酸リチウムおよびオレイン酸カルシウムなどの高級脂肪酸を用いることができる。また、これらを互いに混合して用いることもできる。

有機物 40 は、本実施の形態における軟磁性材料を用いて加圧成形工程を実施する際、複合磁性粒子 30 の間で緩衝材として機能する。これにより、複合磁性粒子 30 同士の接触によって、絶縁被膜 20 が破壊されることを防ぐ。

圧粉磁心の全体に対する有機物 40 の割合は、0 を超え 1.0 質量%以下であることが好ましい。有機物 40 の割合を 1.0 質量%以下とすることによって、金属磁性粒子 10 の割合を一定以上に確保することができる。これにより、より高い磁束密度の圧粉磁心を得ることができる。

この発明の実施の形態における軟磁性材料は、鉄と、酸素とを含む金属磁性粒子 10 を備える。金属磁性粒子 10 に占める酸素の割合は、0 を超え 0.05 質量%未満である。このような軟磁性材料を用いて作製された圧粉磁心は、 $2.0 \times 10^2 \text{ A/m}$ (= 2.5 エルステッド) 以下の保磁力を有する。

このように構成された軟磁性材料によれば、金属磁性粒子 10 に占める酸素の割合が 0.05 質量%未満であるため、金属磁性粒子 10 の内部に存在する FeO や Fe_2O_3 などの鉄酸化物の量を低く抑えることができる。これにより、軟磁性材料の飽和磁束密度を大きくし、保磁力を小さくすることができる。さらに、このような磁気的特性を有する軟磁性材料から圧粉磁心を作製することによって、主にヒステリシス損の低減を通じて圧粉磁心の鉄損を低減させることができる。これにより、たとえば 10 kHz 以下の低周波領域の使用においても、実用的で、かつ優れた磁気的特性を示す圧粉磁心を提供することができる。

なお、本実施の形態における軟磁性材料を、チョークコイル、スイッチング電源素子および磁気ヘッドなどの電子部品、各種モータ部品、自動車用ソレノイド、各種磁気センサならびに各種電磁弁などに使用することができる。

(実施例)

以下、本発明の具体的な実施例について、詳細に説明する。

(実施例 1)

まず、図 1 中の金属磁性粒子 10 となるアトマイズ鉄粉を準備した。レーザー散乱回折法を用いて、アトマイズ鉄粉の粒度分布を測定すると、アトマイズ鉄粉の平均粒径は $200\ \mu\text{m}$ であった。次に、アトマイズ鉄粉を、水素およびアルゴンからなる混合気体の雰囲気中に置いて、温度 800°C 、3 時間の条件下で還元焼鈍を行なった。この際、混合気体の全圧 $1.01 \times 10^5\ \text{Pa}$ ($=1.0\ \text{atm}$) に対する水素の分圧を $1.01 \times 10^4\ \text{Pa}$ ($=0.1\ \text{atm}$) から $1.01 \times 10^5\ \text{Pa}$ の範囲で変化させた。これにより、含まれる酸素の割合を調整したサンプル 1 から 6 のアトマイズ鉄粉を得た。

誘導結合プラズマ質量分析法を用いて、O、C、P および S に関してサンプル 1 から 6 のアトマイズ鉄粉の組成分析を行なった。さらに、これらのアトマイズ鉄粉と樹脂バインダーとを混合してペレット（直径 $20\ \text{mm}$ 、厚み $5\ \text{mm}$ ）を作製し、試料振動型磁力計を用いてこのペレットの保磁力を求めた。サンプル 1 から 6 のアトマイズ鉄粉の組成および保磁力を表 1 に示す。また合わせて、ヘガネス社製の絶縁被膜された鉄粉（商品名「Somaloy 500」）の保磁力を表 1 に示す。

(表 1)

アトマイズ鉄粉	O(質量%)	C(質量%)	P(質量%)	S(質量%)	保磁力 (エルステッド)
サンプル 1	0.016	0.001	0.0031	0.003	2.13
サンプル 2	0.019	0.001	0.0031	0.002	2.16
サンプル 3	0.032	0.001	0.0030	0.002	2.61
サンプル 4	0.044	0.001	0.0030	0.002	2.80
サンプル 5	0.049	0.001	0.0032	0.002	2.73
サンプル 6	0.062	0.001	0.0030	0.003	3.04
ヘガネス社製 「Somaloy 500」	—	—	—	—	3.60

図 2 は、この発明の実施例 1 において、アトマイズ鉄粉に占める酸素の割合と保磁力との関係を示すグラフである。表 1 および図 2 を参照して、還元焼鈍時に使用する混合気体の水素分圧を増加させることにより、アトマイズ鉄粉に占める

酸素の割合を低下させることができた。また、酸素の割合が0.05質量%未満であるサンプル1から5のアトマイズ鉄粉において、3.0エルステッド以下の比較的低い保磁力を得ることができた。

次に、濃度が $0.1 \times 10^{-3} \text{mol/cm}^3$ のリン酸水溶液を 100cm^3 だけ準備し、そのリン酸水溶液に50gのアトマイズ鉄粉を浸した。攪拌機を用いて回転速度300rpm、10分間の条件でリン酸水溶液を攪拌した。水洗によりアトマイズ鉄粉から酸を完全に取り除き、さらにアセトンを用いて洗浄した後、温度60℃、1時間の条件で乾燥処理を行なった。これらの工程により、図1中の絶縁被膜20としてリン酸被膜が形成されたアトマイズ鉄粉を作製した。

次に、このアトマイズ鉄粉を面圧 5ton/cm^2 から 12ton/cm^2 の条件でプレス成形し、リング状（外径34mm、内径20mm、厚み5mm）の成形体を形成した。成形体の密度は、 7.5g/cm^3 で一定とした。この成形体に対して、窒素雰囲気中、温度300℃、1時間の条件で熱処理を実施することで、表1中のサンプル1から6のアトマイズ鉄粉から形成された圧粉磁心を完成させた。

また別に、平均粒径が $90 \mu\text{m}$ であるヘガネス社製の商品名「Somaloy 500」を面圧 5ton/cm^2 から 12ton/cm^2 の条件でプレス成形し、リング状（外径34mm、内径20mm、厚み5mm）の成形体を形成した。成形体の密度は、 7.5g/cm^3 で一定とした。この成形体に対して、窒素雰囲気中、温度300℃、1時間の条件で熱処理を実施することで、比較のための圧粉磁心を完成させた。

次に、作製された圧粉磁心にコイル（1次巻き数が300回、2次巻き数が20回）を設け、磁場を印加することによって、圧粉磁心の磁気的特性の評価を行なった。この際、圧粉磁心の鉄損に関しては、周波数が1kHzである磁場を1.0Tから-1.0Tの範囲で変化させながら印加し、そのときに動作させたBHカーブトレーサから得られるBHループの形状から求めることとした。この評価により得られた圧粉磁心の鉄損、ヒステリシス損係数および渦電流損係数を、用いられたアトマイズ鉄粉ごとに表2に示す。図3は、この発明の実施例1において、アトマイズ鉄粉に占める酸素の割合と鉄損およびヒステリシス損係数との関係を示すグラフである。

(表 2)

アトマイズ鉄粉	サンプル 1	サンプル 2	サンプル 3	サンプル 4	サンプル 5	サンプル 6	ヘガネス社製 「Somaloy 500」
鉄損 (W/kg)	120.5	117.6	129.4	134.2	130.5	150.3	170.3
ヒステリシス損係数 (mW・s/kg)	82.5	81.6	92.4	94.2	93.5	112.3	116.7
渦電流損係数 (mW・s ² /kg)	0.038	0.036	0.037	0.040	0.037	0.038	0.054

表 2 を参照して分かるように、ヘガネス社製の鉄粉「Somaloy 500」を用いた比較用の圧粉磁心では、鉄損、ヒステリシス損係数および渦電流損係数とも、他の結果と比較して大きい値となった。図 3 を合わせて参照して、酸素の割合を 0.05 質量%未満としたサンプル 1 から 5 のアトマイズ鉄粉を用いた場合、酸素の割合が 0.062 質量%であるサンプル 6 のアトマイズ鉄粉を用いた場合と比較して、鉄損およびヒステリシス損係数とも低い値になることを確認できた。またその中でも特に、酸素の割合を 0.02 質量%以下としたサンプル 1 および 2 のアトマイズ鉄粉を用いた場合に、鉄損およびヒステリシス損係数が大幅に小さくなることを確認できた。

(実施例 2)

続いて、平均粒径が異なるアトマイズ鉄粉（組成は、実施例 1 におけるサンプル 1 のアトマイズ鉄粉と同様）を準備し、実施例 1 と同様の方法を用いてそれぞれのアトマイズ鉄粉の保磁力を測定した。また比較のため、平均粒径が 90 μm であるヘガネス社製の鉄粉「Somaloy 500」の保磁力も測定した。測定により得られた保磁力の値を、アトマイズ鉄粉の平均粒径ごとに表 3 に示す。図 4 は、この発明の実施例 2 において、アトマイズ鉄粉の平均粒径と保磁力との関係を示すグラフである。

(表 3)

アトマイズ鉄粉 の平均粒径 (μm)	17.5	55	90.5	128	165	215	275	327.5	90 (ヘガネス社製 「Somaloy500」)
保磁力 (エルステット)	3.60	2.62	2.38	2.26	2.13	1.87	1.75	1.61	3.60

表 3 を参照して分かるように、ヘガネス社製の鉄粉「Somaloy 500」は、他のアトマイズ鉄粉と比較して、保磁力が大きい値となった。図 4 を合わせて参照して、アトマイズ鉄粉の平均粒径を $100\ \mu\text{m}$ 以上とすることによって、比較的低い保磁力が得られることを確認できた。また、アトマイズ鉄粉の平均粒径が大きくなるに従って、保磁力が低減することを確認できた。

次に、平均粒径が $200\ \mu\text{m}$ である表 1 中のサンプル 1 のアトマイズ鉄粉を篩を用いて分級し、粒径が $38\ \mu\text{m}$ 以下の粉末を強制的に排除したアトマイズ鉄粉と、粒径が $75\ \mu\text{m}$ 以下の粉末を強制的に排除したアトマイズ鉄粉とを準備した。実施例 1 と同様の方法を用いて、これら分級したアトマイズ鉄粉と、分級していないアトマイズ鉄粉との保磁力を測定した。測定された保磁力を、ヘガネス社製の鉄粉「Somaloy 500」の保磁力と合わせて表 4 に示す。

(表 4)

ふるい幅	保磁力(エルステッド)
無分級のアトマイズ鉄粉	2.08
$38\ \mu\text{m}$ 以下が排除されたアトマイズ鉄粉	1.94
$75\ \mu\text{m}$ 以下が排除されたアトマイズ鉄粉	1.83
ヘガネス社製「Somaloy 500」	3.60

表 4 を参照して、粒径が $38\ \mu\text{m}$ 以下の粉末を排除することによって、アトマイズ鉄粉の保磁力を低減できることを確認できた。また、粒径が $75\ \mu\text{m}$ 以下の粉末を排除することによって、アトマイズ鉄粉の保磁力をさらに低減できることを確認できた。

今回開示された実施の形態および実施例はすべての点で例示であって制限的なものではないと考えられるべきである。本発明の範囲は上記した説明ではなくて特許請求の範囲によって示され、特許請求の範囲と均等の意味および範囲内でのすべての変更が含まれることが意図される。

本発明を詳細にまた特定の実施態様を参照して説明したが、本発明の精神と範囲を逸脱することなく様々な変更や修正を加えることができることは当業者にとって明らかである。

本出願は、2004年1月30日出願の日本特許出願（特願 2004-024257）に基づくものであり、その内容はここに参照として取り込まれる。

<産業上の利用可能性>

以上説明したように、この発明に従えば、適用される周波数にかかわらず、優れた磁気的特性を示す軟磁性材料およびその軟磁性材料から作製される圧粉磁心を提供することができる。

請 求 の 範 囲

1. 鉄と、酸素とを含む金属磁性粒子を備え、
前記金属磁性粒子に占める前記酸素の割合は、0を超え0.05質量%未満である軟磁性材料。
2. 前記金属磁性粒子の保磁力は、 $2.4 \times 10^2 \text{ A/m}$ 以下である請求の範囲第1項に記載の軟磁性材料。
3. 前記金属磁性粒子の平均粒径は、 $100 \mu\text{m}$ 以上 $300 \mu\text{m}$ 以下である請求の範囲第1項または第2項に記載の軟磁性材料。
4. 前記金属磁性粒子の粒径の分布は、 $38 \mu\text{m}$ を超える範囲にのみ実質的に存在している請求の範囲第1項から第3項のいずれか1項に記載の軟磁性材料。
5. 前記金属磁性粒子と、前記金属磁性粒子の表面を取り囲む絶縁被膜とを含む複数の複合磁性粒子を備える請求の範囲第1項から第4項のいずれか1項に記載の軟磁性材料。
6. 請求の範囲第1項から第5項のいずれか1項に記載の軟磁性材料を用いて作製された圧粉磁心。
7. 保磁力が $2.0 \times 10^2 \text{ A/m}$ 以下である請求の範囲第6項に記載の圧粉磁心。

図1

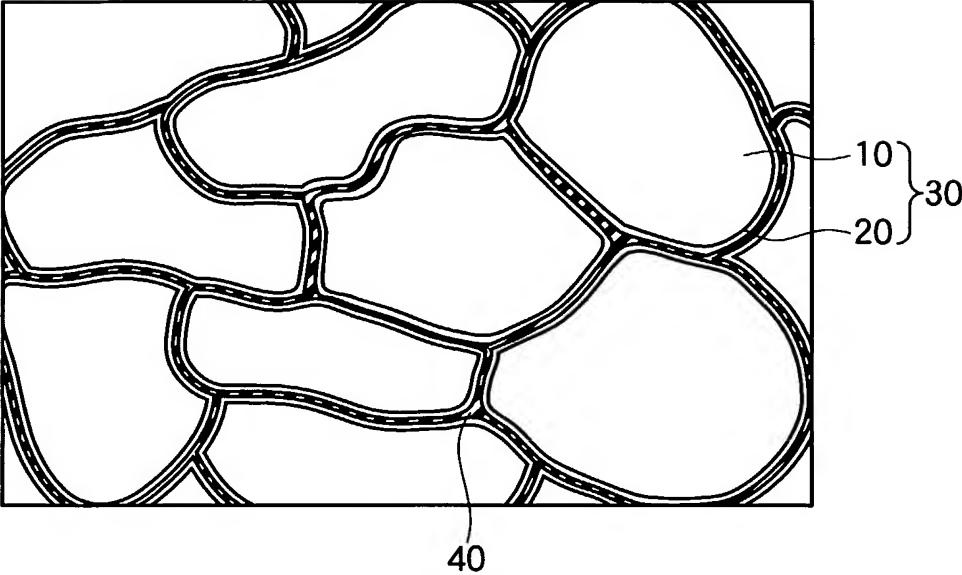


図2

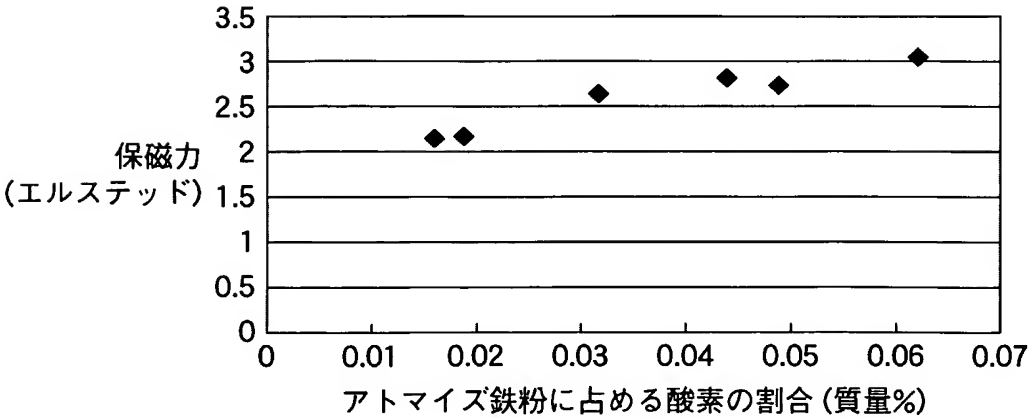


図3

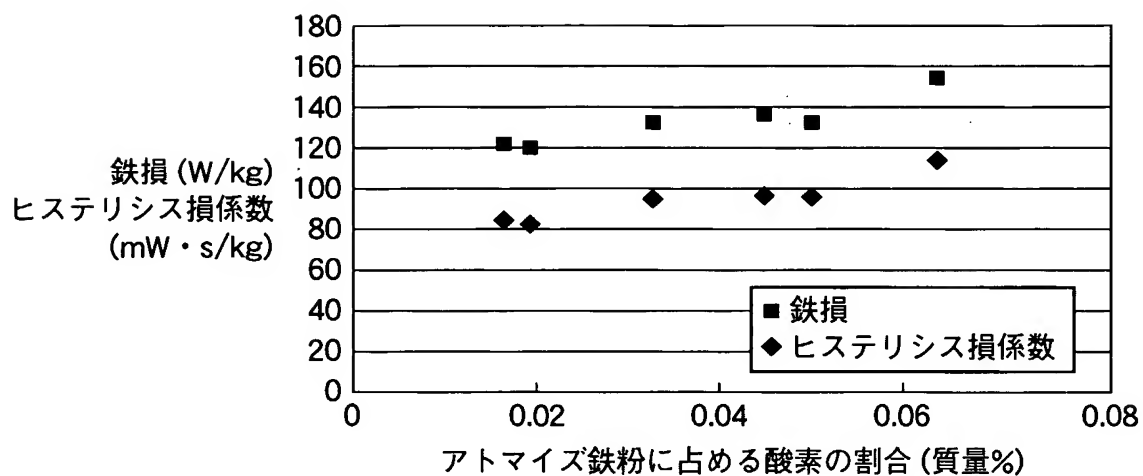
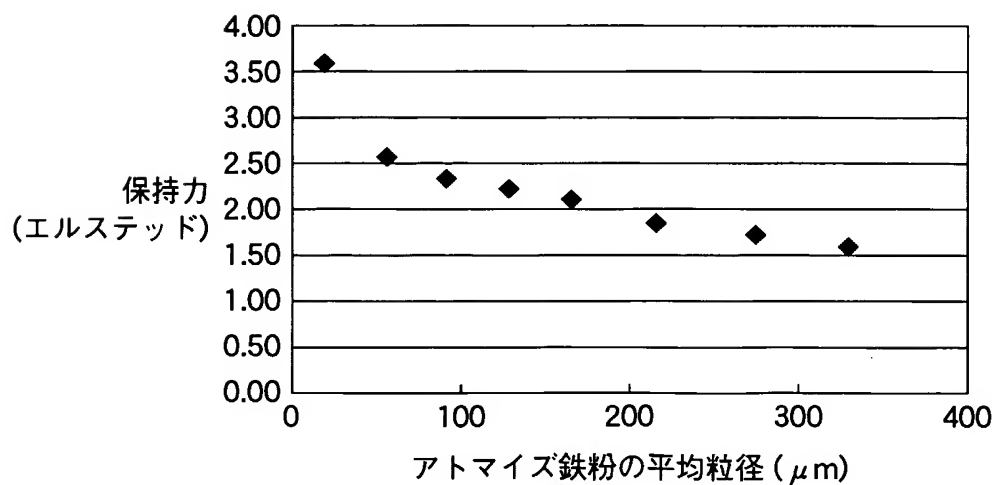


図4



INTERNATIONAL SEARCH REPORT

International application No.

PCT/JP2005/001433

A. CLASSIFICATION OF SUBJECT MATTER

Int.Cl.⁷ B22F1/00, 1/02, C22C38/00, H01F1/33

According to International Patent Classification (IPC) or to both national classification and IPC

B. FIELDS SEARCHED

Minimum documentation searched (classification system followed by classification symbols)

Int.Cl.⁷ B22F1/00, 1/02, C22C38/00, H01F1/33

Documentation searched other than minimum documentation to the extent that such documents are included in the fields searched

Jitsuyo Shinan Koho	1922-1996	Jitsuyo Shinan Toroku Koho	1996-2005
Kokai Jitsuyo Shinan Koho	1971-2005	Toroku Jitsuyo Shinan Koho	1994-2005

Electronic data base consulted during the international search (name of data base and, where practicable, search terms used)

C. DOCUMENTS CONSIDERED TO BE RELEVANT

Category*	Citation of document, with indication, where appropriate, of the relevant passages	Relevant to claim No.
Y	JP 08-167519 A (Kobe Steel, Ltd.), 25 June, 1996 (25.06.96), Claims (Family: none)	1-7
Y	JP 2003-332113 A (Daido Steel Co., Ltd.), 21 November, 2003 (21.11.03), Claims; Par. Nos. [0014], [0015] (Family: none)	1-7
Y	JP 2003-105403 A (Daido Steel Co., Ltd.), 09 April, 2003 (09.04.03), Claims; Par. Nos. [0014], [0017] (Family: none)	1-7

☐ Further documents are listed in the continuation of Box C.

☐ See patent family annex.

* Special categories of cited documents:

"A" document defining the general state of the art which is not considered to be of particular relevance

"E" earlier application or patent but published on or after the international filing date

"L" document which may throw doubts on priority claim(s) or which is cited to establish the publication date of another citation or other special reason (as specified)

"O" document referring to an oral disclosure, use, exhibition or other means

"P" document published prior to the international filing date but later than the priority date claimed

"T" later document published after the international filing date or priority date and not in conflict with the application but cited to understand the principle or theory underlying the invention

"X" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered novel or cannot be considered to involve an inventive step when the document is taken alone

"Y" document of particular relevance; the claimed invention cannot be considered to involve an inventive step when the document is combined with one or more other such documents, such combination being obvious to a person skilled in the art

"&" document member of the same patent family

Date of the actual completion of the international search

19 April, 2005 (19.04.05)

Date of mailing of the international search report

10 May, 2005 (10.05.05)

Name and mailing address of the ISA/
Japanese Patent Office

Authorized officer

Facsimile No.

Telephone No.

A. 発明の属する分野の分類 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ B22F1/00, 1/02, C22C38/00, H01F1/33

B. 調査を行った分野

調査を行った最小限資料 (国際特許分類 (IPC))

Int.Cl.⁷ B22F1/00, 1/02, C22C38/00, H01F1/33

最小限資料以外の資料で調査を行った分野に含まれるもの

日本国実用新案公報	1922-1996年
日本国公開実用新案公報	1971-2005年
日本国実用新案登録公報	1996-2005年
日本国登録実用新案公報	1994-2005年

国際調査で使用した電子データベース (データベースの名称、調査に使用した用語)

C. 関連すると認められる文献

引用文献の カテゴリー*	引用文献名 及び一部の箇所が関連するときは、その関連する箇所の表示	関連する 請求の範囲の番号
Y	JP 08-167519 A (株式会社神戸製鋼所) 1996. 06. 25, 特許請求の範囲 (ファミリーなし)	1-7
Y	JP 2003-332113 A (大同特殊鋼株式会社) 2003. 11. 21, 特許請求の範囲、第0014段落、第0015段落 (ファミリーなし)	1-7
Y	JP 2003-105403 A (大同特殊鋼株式会社) 2003. 04. 09, 特許請求の範囲、第0014段落、第0017段落 (ファミリーなし)	1-7

C欄の続きにも文献が列挙されている。

パテントファミリーに関する別紙を参照。

* 引用文献のカテゴリー

「A」 特に関連のある文献ではなく、一般的技術水準を示すもの
「E」 国際出願日前の出願または特許であるが、国際出願日以後に公表されたもの
「L」 優先権主張に疑義を提起する文献又は他の文献の発行日若しくは他の特別な理由を確立するために引用する文献 (理由を付す)
「O」 口頭による開示、使用、展示等に言及する文献
「P」 国際出願日前で、かつ優先権の主張の基礎となる出願

の日の後に公表された文献

「T」 国際出願日又は優先日後に公表された文献であって出願と矛盾するものではなく、発明の原理又は理論の理解のために引用するもの
「X」 特に関連のある文献であって、当該文献のみで発明の新規性又は進歩性がないと考えられるもの
「Y」 特に関連のある文献であって、当該文献と他の1以上の文献との、当業者にとって自明である組合せによって進歩性がないと考えられるもの
「&」 同一パテントファミリー文献

国際調査を完了した日

19. 04. 2005

国際調査報告の発送日

10.05.2005

国際調査機関の名称及びあて先

日本国特許庁 (ISA/J P)

郵便番号100-8915

東京都千代田区霞が関三丁目4番3号

特許庁審査官 (権限のある職員)

米田 健志

電話番号 03-3581-1101 内線 3435

4K

8924